

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2003年7月24日 (24.07.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/059497 A1

- (51) 国際特許分類: B01F 5/00, B01J 3/00, 3/02
(21) 国際出願番号: PCT/JP03/00091
(22) 国際出願日: 2003年1月9日 (09.01.2003)
(25) 国際出願の言語: 日本語
(26) 国際公開の言語: 日本語
(30) 優先権データ: 特願2002-2447 2002年1月9日 (09.01.2002) JP
(71) 出願人 および
(72) 発明者: 中野 満 (NAKANO, Mitsuru) [JP/JP]; 〒590-0982 大阪府堺市海山町2丁目1番1-1 ファミール
ハイツ堺11番館718 Osaka (JP).
(74) 代理人: 青山 葆, 外 (AOYAMA, Tamotsu et al.); 〒540-0001 大阪府大阪市中央区城見1丁目3番7号
I M P 青山特許事務所 Osaka (JP).

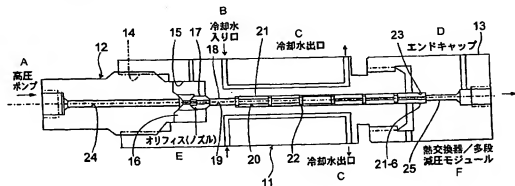
- (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロパ特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TI, TM), ユーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

[続葉有]

(54) Title: EMULSIFYING/DISPERSING SYSTEM USING MULTI-STEP VACUUM MODULE AND PROCESS FOR PRODUCING EMULSION/DISPERSION

(54) 発明の名称: 多段減圧モジュールを用いた乳化・分散システムおよび乳化・分散液の製造方法



A...HIGH-PRESSURE PUMP
B...INLET FOR COOLING WATER
C...OUTLET FOR COOLING WATER
D...END CAP
E...ORIFICE (NOZZLE)
F...HEAT EXCHANGER/MULTI-STEP VACUUM MODULE

(57) Abstract: A multi-step vacuum module having vacuum cells connected in multi-steps via seals is connected to the outlet side of an emulsifying/dispersion apparatus either directly or via a heat exchanger. This multi-step vacuum module applies a necessary backpressure to the emulsifying/dispersion apparatus. On the other hand, the backpressure is reduced step by step by the cascaded vacuum cells so that bubbling is prevented in releasing an emulsion into the atmosphere. Owing to this construction, bubbling can be prevented at any points from the formation of the emulsion to the takeoff thereof as a product.

[続葉有]



2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約:

減圧セルをシールを介して多段に接続した多段減圧モジュールを乳化・分散装置の出口側に直接または熱交換器を介して接続する。多段減圧モジュールは乳化・分散装置に対して必要な背圧を与える一方、この背圧を縦続した減圧セルで一段階ごとに減圧することで、乳化物を大気には開放したときにもバブリングが発生しないようにする。これにより、乳化物の生成段階および製品としての取り出し段階のいずれの段階においてもバブリングの発生を防止することができる。

明 細 書

多段減圧モジュールを用いた乳化・分散システムおよび乳化・分散液の製造方法

技術分野

本発明は、基液中に所望の材料を乳化・分散させて乳化分散液を生成する装置および方法に関し、より詳細には、液にせん断力を付加することにより乳化・分散を図る装置および方法に関する。

背景技術

従来より、種々の形式の乳化・分散装置が知られている。この種の乳化・分散装置は、回転式であれ、高圧式であれ、高いせん断力を液に与えて乳化・分散を行う。高圧式ホモジナイザであれば、圧力をジェット流に変換し、壁に衝突させるか、反転させて、液-液間でジェット流の運動エネルギーをせん断エネルギーに変換することにより乳化・分散を行う。

この高いせん断力を受けた場合、場が不均一であると、すなわち圧力差や速度差が存在すると（バランスが崩れると）、液中に溶解していた空気あるいは系内に残留していた空気が気泡となってバブリングが発生し、粗大粒子が発生する。したがって、バブリングの発生を防止するため、従来より、背圧を付加する手法が採用されている。背圧を調整するために、ゴーリントイプではツーウェイバルブが設けられ、マイクロフルイダイザでは、バックプレッシャチャンバが設けられている。

近年、より高い乳化・分散性が要望されるに従って、より高いエネルギーを投入することができる装置が開発されているが、それにつれてバブリングの発生がより深刻な問題となっている。装置内でのバブリングの発生は、背圧を高めることによって抑制することができるが、装置から排出された瞬間の圧力降下によりバブリングが発生する。

バブリングが発生すると、粉体であれば気泡が粉体表面に附着して濡れ性が悪

化し、エマルジョンの場合でもエアゾールが形成されやすくなる。また、気泡がエネルギーを吸収することによるエネルギーロスが生じ、処理物が酸化されやすい例えば不飽和脂肪酸であれば、高温下で酸化反応により製品の品質が低下する。さらに、水系の界面張力を低下させるため乳化剤や分散剤を多くするほど、せん断域で発生した細かな気泡が界面に吸着して、気泡の抜けが悪化する。

以上のように、従来の考え方は、より高いエネルギーを投入してより一層の微粒化を図る一方、バブリングに対しては背圧を高めることによって防止するという上流からの発想であり、これではバブリングの発生を有効に防止することができない。

発明の開示

本発明の基本的な目的は、気泡が皆無か、存在したとしても製品の劣化を生じない乳化・分散物を製品として得ることができる乳化・分散装置および方法を提供することである。

本発明の基本の考え方は、製品の出口、即ち、生成されてくる乳化・分散物が大気圧に開放される時点を原点におき、この時点で生じる圧力降下がバブリングを発生しない構成とすることにある。即ち、発想の原点を下流におき、上流側での投入エネルギー等の諸条件に対応するようにしている。

本発明に係る第1の乳化・分散システムは、多段乳化分散モジュールと多段減圧モジュールとの組み合わせからなる。

多段乳化分散モジュールは、内径の異なる第1～第3の吸収セルを軸方向にシールを介して直列に接続したものであり、第1、第2、第3吸収セルの内径を D_1 、 D_2 、 D_3 としたときに、好ましくは、 $D_2 > D_3 > D_1$ という関係を満たし、シールの内径 D_s は $D_s \geq D_2$ である。

多段減圧モジュールは、多段乳化分散モジュールに連通路を介して連結される。この多段減圧モジュールは、少なくとも2段以上の減圧セル（減圧部材）を減圧部材の内径より大きい内径を有するシール（連結部材）を介して軸方向に連結した基本構造を有する。この多段減圧モジュールは、多段乳化分散装置に対して必要な背圧を付与する一方、この背圧を減圧セルで一段ずつ減圧し、最終段の減圧セ

ルは、乳化分散物が大気圧に解放されたときにバブリングを生じない圧力に減圧する。

減圧セルは所定の内径を有する同一寸法のものであってもよく、内径が段階的に大きくなるものであってもよい。減圧セル間に介在するシールは、前後の減圧セル間での減圧作用を寸断する役割を有する。換言すれば、多段減圧モジュールの全体の減圧量は、各減圧セルの減圧量の総和と考えることができ、多段乳化分散モジュールに必要な背圧に応じて減圧セルの内径や段数を設定することができる。

いま、多段乳化分散モジュール内の通路を形成する各吸収セル、連通路および多段減圧モジュール内の通路を形成する各減圧セルを通路単位とし、多段乳化分散モジュールの入口から多段減圧モジュールの出口に至る通路径がこれら通路単位により構成されているとしたときに、通路径は、少なくとも3つの異なる通路径を有する通路単位の組合せからなり、その組合せは、以下の規則にしたがって決められる。

1) 各通路単位は、少なくとも3つの異なる通路径 D_s 、 D_M 、 D_B ($D_s < D_M < D_B$) のいずれかの通路径を有し、通路径 D_s の通路単位の下流に通路径 D_M の通路単位を接続する場合は、両通路単位の間通路径 D_B の通路単位を接続すること。

2) 最小通路径の通路単位の上流側においては、規則1)を適用することを要しない。

本発明にかかる多段減圧モジュールは、従来より用いられている回転式や高圧式の乳化・分散装置にも適用することができる。この場合にも、多段減圧モジュールは、乳化・分散装置に対し必要な背圧を与えて乳化・分散装置内におけるバブリングを抑止する一方、この背圧を多段に減圧してゆき、最終的に大気に解放してもバブリングが発生しない圧力にまで減圧する。

本発明にかかる乳化・分散材の製造方法は、所定の背圧下で液にせん断力を与えて乳化・分散を行なう工程と、この背圧を複数の減圧セルにより多段階で降圧し、最終的に大気圧に解放してもバブリングが発生しない圧力まで低下させる工程とを含む。

また、一体型の多段乳化分散装置を用いると、液を臨界状態に保ちながら乳化分散を図ることができる。つまり、一体型の多段乳化分散装置の上流側において、臨界圧力以上に加圧するとともに臨界温度以上に加熱して臨界状態とし、臨界状態を保ちながら一体型乳化分散装置に供給する。溶液が臨界状態にあれば、乳
5 化・分散させるべき材料に対する溶解性が向上するため、乳化分散性がより一層向上する。

一体型多段乳化分散装置内においては、臨界状態における乳化分散においてバブリングが生じないような十分高い背圧を与えることができ、その高い背圧は多段の減圧セルによって多段に減圧する。徐々に減圧された結果、臨界状態が解消
10 され液相になるが、内部的な背圧を適当に確保しつつ段階的に減圧することによってバブリングを発生させることなくしに乳化分散物を得ることができる。

以上のように、本発明では、大気に解放してもバブリングを発生しない圧力を出発点としてシステムを構築する。この圧力を基準にして、乳化・分散装置にとって必要な背圧、即ち装置内においてバブリングの発生を抑制するのに必要な背
15 圧を与えるために多段減圧モジュールを設計する。

かかる設定により、乳化・分散装置内におけるバブリングの抑制とともに、最終段階で乳化・分散材が大気に解放される際に生じうるバブリングをも確実に防止することができる。

一般に、この種の乳化・分散システムないし乳化・分散装置において液に高いせん断力を加えた場合、場が不均一であると（速度ないし圧力のバランスが崩れると）バブリングが発生し、粒子が不均一化して粗大粒子が発生する。そして、従来は、液を非常に高圧とすることにより、このバブリングを防止するようにしている。しかし、このような対応では、多大なエネルギーが無駄に消費されてしま
20 う。そこで、本発明にかかる乳化・分散装置では、上記構成により、液にさほど高圧をかけることなくバブリングの発生を防止するようにしている。これにより、
25 粒子が均一化され、粗大粒子の発生が有効に防止され、かつエネルギー消費量が低減される。

本発明は、後記の詳細な説明及び添付の図面により、より十分に理解されるであろう。なお、添付の図面において、共通する構成要素には同一の参照番号が付されている。

図 1 は、本発明の第 1 実施例の乳化・分散システムを示すシステム構成図である。

図 2 は、図 1 の多段乳化・分散モジュール 1 の軸方向断面説明図である。

図 3 は、上記多段乳化・分散モジュール 1 の吸収セルの内径の大小関係を説明するための断面説明図である。

図 4 は、図 1 の多段減圧モジュール 3 の軸方向断面説明図である。

図 5 は、多段減圧モジュール 3 に用いる減圧セルの作用を検証するための実験装置を示す断面説明図である。

図 6 は、内径 0.75 mm の減圧セルの個数と背圧との関係を示すグラフである。

図 7 は、内径 1.00 mm の減圧セルの個数と背圧との関係を示すグラフである。

図 8 は、吸収セルの配列構成の一例を示す図 3 と同様の断面説明図である。

図 9 は、本発明の第 2 実施例を示す軸方向断面説明図である。

図 10 は、図 9 の乳化・分散ユニットを用いた乳化・分散システムの構成図である。

図 11 は、本発明の第 3 実施例を示すシステム構成図である。

図 12 は、DeBEE2000デュアルタイプに適用した例を示すシステム構成図である。

図 13 は、DeBEE2000リバースタイプに適用した例を示すシステム構成図である。

図 14 は、インライン型回転式ホモジナイザに適用した例を示すシステム構成図である。

図 15 は、ゴーリントタイプホモジナイザに適用した例を示すシステム構成図である。

図 16 は、ノズル固定型高圧ホモジナイザに適用した例を示すシステム構成図

である。

発明を実施するための最良の形態

(第1実施例)

5 図1に示すように、本乳化・分散システムは、多段乳化・分散コントローラ1と、多段乳化・分散コントローラ1の下流に熱交換器2を間にして連結された多段減圧モジュール3とで基本的に構成されている。

10 多段乳化・分散コントローラ1には、材料供給タンク5に貯えられた乳化・分散液が、高圧ポンプ6により高い圧力まで昇圧された状態で供給される。多段乳化・分散コントローラ1は、後に詳しく説明するように、ジェット流による液-液せん断によって乳化・分散を行なう。下流の多段減圧モジュール3は、熱交換器2を介して、多段乳化・分散コントローラ1に対して所定の背圧を付与し、多段乳化・分散コントローラ1の内部におけるバブリングの発生を防止する。

15 熱交換器2は、せん断力による乳化・分散によって高温となった液を冷却することでバブリングの発生を抑制する。しかしながら、製品によっては、高温が好ましいものがあり、そのような場合には、熱交換器2を介在させることなく、多段減圧モジュール3を多段乳化・分散コントローラ1に直結する。

20 この実施例では、多段減圧モジュール3の入口側に、第2の供給タンク7の液を供給ポンプ8および供給バルブ9を介して背圧以上の所定の圧力で供給し、生成された乳化・分散液に必要な材料を添加する。

25 多段減圧モジュール3は、生成された乳化・分散液の圧力(背圧)を多段階で減圧し、出口部で大気に解放してもバブリングが発生しない程度の圧力にまで下げる。この多段減圧モジュール3によって減圧された乳化・分散液は、これを最終製品として回収するか、必要に応じて第1の供給タンク6に戻して再度の乳化・分散を行なう。

上記多段乳化・分散コントローラ1の1具体例を図2に示す。図2に示すように、多段乳化・分散コントローラ1は、円柱状の本体11と、本体11の軸方向の1端に連結され、高圧ポンプ(図1の6)により昇圧された液を本体11内に導入するためのコネクタ12と、本体11の軸方向の他端に連結されたエンドキ

ヤップ13とからなる。

本体11の1端側には、コネクタ12の外周部を締結するためのネジ穴14と、このネジ穴14に続けて一段小径の穴15が形成されており、この穴15には、ノズル部材16が嵌合されている。ノズル部材16は、コネクタ12の先端肩部
5 によって上記穴15の底部に押圧保持される。本体11の内部には、ノズル部材16に保持されたノズル17と同軸に、第1通路18（内径D0）を形成する軸孔19と、この軸孔19のより一段大径の第2の軸孔20とが軸方向に連続して形成されている。

この第2の軸孔20には、計6段の吸収セル21が、リング状のシール22を介して軸方向他端側から挿入され、最終段21-6は、本体11の他端に締結した
10 エンドキャップ13に形成した軸孔23に嵌合状態に保持されている。

4番目の吸収セル21-4は、内径D1より大きい内径D2を有し、これに続く5番目、6番目の吸収セル21-5、21-6の内径D3は、計3個の吸収セル21-1、2、3の内径D1よりさらに小さく設定されている（ $D2, D0 > D1 > D3$ ）。
15

以上の構成では、吸収セル21-1、2、3は、第1通路18に対して背圧を与え、相対的に大きい内径D2を有する4番目の吸収セル21-4に対して、最も小径の吸収セル21-5、6が所定の背圧を与える。

また、リング状のシール22の内径Dsは、最大の内径D2より大きい内径を有し、圧力を瞬間的に緩和することによって、各段の吸収セル21が、独立した減圧作用を奏することを保証する。
20

上記の構成では、最も強いせん断が生ずる第1通路18に対しては、強いせん断によって生じうるバブリングを防止するに十分な背圧を与えるとともに、4番目の吸収セル21-4による圧力緩和に対しては、この圧力緩和によってバブリングが生じない背圧を第5番目、第6番目の小径の吸収セル21-5、6によって与える。第6番目の吸収セル21-6に連通する第2通路25の内径は、第6番目の吸収セル21-6の内径D3に比して十分大きく設定されており、この第2通路25は、次段の熱交換器2に連結されている。
25

高圧ポンプ6によって、例えば2,000 barかそれ以上に昇圧された液は、

コネクタ 1 2 の軸孔 2 4 を通り、ノズル 1 7 により高速のジェット流として第 1 通路 1 9 に噴射される。第 1 通路 1 9 に噴射されたジェット流は、周囲に存在する液に大きなせん断力を与えて乳化・分散を生じさせ、自らは運動エネルギーを失ななかつ、吸収セル 2 1 内に流入し、吸収セル 2 1 内に存在する液に対してせん断力を与え、乳化・分散を生じさせる。

ここで、吸収セル 2 1 とは、軸心部を通過するジェット流とその周囲に存在する液との間での液-液せん断により、ジェット流の運動エネルギーがせん断エネルギーや熱エネルギーに変換される結果次第に失なわれる小径の軸孔を有するものをいう。吸収セル 2 1 の内径および段数の設定は、バブリングを発生させることなく、強力な乳化・分散作用を得るためにきわめて重要である。

図 3 にその一例を模式化して示す。

図 3 に示すように、第 1 通路 1 8 に続く計 3 個の吸収セル 2 1-1, 2, 3 は、第 1 通路 1 8 の通路径 D_0 より一段小さい同一の内径 D_1 を有し、大きな通路径 D_2 を有する 4 番目の吸収セル 2 5 における圧力緩和によるバブリングの発生は、最小径 D_3 を有する 2 つの吸収セル 2 1-5, 6 および後続の多段減圧モジュール 3 によって与えられる背圧によって防止される。

図 4 に多段減圧モジュール 3 の一例を示す。

この多段減圧モジュール 3 は、円柱状のモジュール本体 3 0 と、モジュール本体 3 0 の一端側に設けたネジ部に締結される円柱状のインレット側エンドキャップ 3 1 とからなり、モジュール本体 3 0 の軸芯方向に設けた軸孔 3 2 には、計 6 個の減圧セル 3 3 がシール 3 4 を介して挿入され、エンドキャップ 3 1 との間で保持されている。

エンドキャップ 3 1 は、熱交換器 (図 1 の 2) に連結されるインレット 3 4 と、これに続く通路 3 5 とが軸方向に設けられ、半径方向から通路 3 5 に連通する第 1 側方ポート 3 6 が設けられている。モジュール本体 3 0 の後端側には、上記軸孔 3 2 と同軸の通路 3 7 とこれに続くアウトレット 3 8 とが設けられるとともに、半径方向から通路 3 7 に連通する第 2 側方ポート 3 9 が設けられている。

上記第 1 側方ポート 3 6 には、目的製品に適したシステムを構築するため供給パイプ 4 0, プラグ 4 1, リリーフバルブ 4 2 のいずれかを装着し、第 2 側方が

ート39には、プラグ41またはリリーフバルブ42のいずれかを装着するようにしている。

本例では、同一の内、外径および軸長を有する計6個の減圧セル33を用いているが、同一寸法である必要はない。

5 ここで、減圧セル33の減圧作用（下流端）又は昇圧作用（上流端）について考察する。

図5に減圧セル33の減圧（又は昇圧）作用を実測するための実験装置を模式的に示す。

10 図5に示すように、実験装置本体50は、軸方向にネジにより締結可能なインレット側、アウトレット側円柱部51、52によって構成し、インレット側通路53と、アウトレット側通路54の間には、一段大径の軸孔55を形成し、この軸孔55には、減圧セル33と、この減圧セル33をシール34を介して軸方向に保持するための保持筒56を挿入する。上記軸孔55には、減圧セル33を2個、3個、…、6個までセル単位で装着できるようにし、挿入個数に応じた長さの保持筒56を用意しておく。

15 実験に用いる減圧セル33は、内径0.75mm、長さ10mmのものと、内径1.0mm、長さ10mmの2種類を用意し、シール34は内径2.6mm、厚さ1.5mm前後のものを用意する。

20 また、高圧ポンプ6から熱交換器2を介して実験装置本体50のインレット側通路53を介して減圧セル33に至る管路径は2.7mmとし、アウトレット側通路径も2.7mmとする。

25 実験は、減圧セル33の個数を順番に変えながら、水の流量を毎分250cc、360cc、440ccとし、温度の影響をなくすため、熱交換器（冷却器）により25℃とし、実験装置本体50の手前に設けた圧力ゲージ58によって圧力を測定した。

実験の結果を表1、表2および図6、図7に示す。

ここで、理論値は、流体力学によって、以下の式を用いて求めた値である。

いま、通路断面積Aのセルの上流端と下流端（大気圧）との圧力差h（高さ換算）として、流量Qで流れるとすると、

$$Q = c A \sqrt{2 g h}$$

(但し、 c は流量係数)

の関係がある。したがって、圧力差 h は、

$$h = (Q / c A)^2 / 2 g$$

- 5 となる。この高さ h を圧力単位に換算した値を X とする。この X は、液がセルを通過したときの圧力差（圧力ドロップ）を表わす。

次に、セルを通過したときの圧損は、以下の式より求められる。

$$h' = f \cdot (L / D) \cdot (V^2 / 2 g)$$

ここで、 f は摩擦損失係数、 L はセル長、 D はセルの内径、 V は流速である。

- 10 h' を圧力に換算した値を ΔY とすると、1個のセルによる圧力降下は、 $X + \Delta Y$ で求められ、2個のセルでは $X + 2 \Delta Y$ 、 n 個のセルでは $X + n \Delta Y$ で表される。この考えにしたがって計算した値が理論値である。

- 15 この実験結果は、実測値と理論値とがほぼ合致していることを示している。換言すれば、減圧セル33の数が N 個であれば、 $N \times \Delta Y$ 分の圧力差（背圧）が生じることを示しており、背圧は、減圧セル33の個数に比例する。

表3には、内径0.5mm、長さ10mmの減圧セルについて行った実験結果を示す。この場合にも、理論値と実測値との間によい一致が見られる。誤差は、高圧ポンプの定量性の誤差や圧力ゲージの精度誤差によるものと考えられる。

- 20 以上のことから明らかなように、セル方式は、流量により生ずる圧力差（背圧）が、水力学の基本理論式で単純に計算できる利点がある。これを可能にしているのは、減圧セル間に介挿したシールが、大きな内径を有していることから、両減圧セル間の圧力の相関を遮断しているからである。

- 25 この多段減圧モジュールによれば、例えば内径1mm、長さ10mmの減圧セル6個を組み合わせると、仮に流量が250cc/minであれば、減圧セル1つ1つでその差分0.11kg/cm²だけ減圧されることになる。

アウトレット側での大気開放を考えた場合、アウトレット側の減圧セルによる減圧は、できるだけ小さい方が好ましい。

表 1 実験結果 (1)

セル(筒)内径0.75mm

	1	2	3	4	5	6	流量係数	摩擦損失係数
250cc時実測値	0.8	1.15	1.35	1.6	1.9	2.3		
250cc時理論値	0.86	1.16	1.46	1.77	2.07	2.37	0.9	0.05
360cc時実測値	1.5	2.1	2.6	3.3	3.8	4.45		
360cc時理論値	1.7	2.24	2.78	3.3	3.8	4.4	0.9	0.043
440cc時実測値	2.3	3.2	4	4.7	5.5	6.5		
440cc時理論値	2.5	3.3	4.1	4.88	5.67	6.46	0.9	0.042

単位:kg/cm²

表 2 実験結果 (2)

セル(筒)内径1mm

	1	2	3	4	5	6	流量係数	摩擦損失係数
250cc時実測値	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.9		
250cc時理論値	0.29	0.4	0.52	0.63	0.75	0.86	0.9	0.08
360cc時実測値	0.5	0.7	0.85	1.1	1.3	1.5		
360cc時理論値	0.55	0.74	0.93	1.11	1.3	1.49	0.9	0.063
440cc時実測値	0.8	1.1	1.3	1.6	1.9	2.2		
440cc時理論値	0.82	1.1	1.37	1.65	1.92	2.2	0.9	0.062

単位:kg/cm²

5

表 3 実験結果 (3)

	流量	0.5mm個数	流量係数	摩擦損失係数	実測値	理論値
1	250cc	6個	0.9	0.032	13	11
2	360	6個	0.9	0.032	25	24
3	440	6個	0.9	0.032	35	36.1
4	250cc	1個	0.9	0.032	4.5	4.3
5	360	1個	0.9	0.032	9	8.9
6	300	12個	0.9	0.032	28	29
7	440	12個	0.9	0.032	63	63.5

(cc/min)

(kg/cm²) (kg/cm²)

発明者等は、多段減圧モジュールの異径の減圧セルの種々の組合せについてバブリングの発生の有無を試験した。その結果、バブリングを発生しない組合せは、以下の規則に従うものであり、この規則に反する組合せではバブリングが発生することを示出した。

5 規則1) $D_s < D_M < D_B$ の関係の少なくとも3つの通路径のいずれかのセルの組合せにおいて、通路径 D_s のセルの下流に通路径 D_M のセルを接続する場合には、両セルの間に通路径 D_B のセルを介在させること、即ち、通路径 D_s のセルの直下流に通路径 D_M のセルを接続してはならず、必ず通路径 D_B のセルを介して接続しなければならない。

10 規則2) 最小通路径 (D_s) の上流側に関しては、規則1を適用しなくてよい。

図8に異径セルの好ましい組合せを示す。いま、 D_c を入口通路35、出口通路37の通路径、 D_q をシール34の通路径、 D_s を上流側3つの減圧セル33-1、2、3の通路径、 D_B を4番目の減圧セル33-4の通路径、 D_M を下流側2つの減圧セル33-5、6の通路径としたときに、以下の関係を満たす。

$$15 \quad D_c \geq D_q > D_B \geq D_M \geq D_s$$

また、接続に関しては、 $D_s \rightarrow D_B \rightarrow D_M$ となっていて規則1) の関係を満たしている。

ところで、上記の規則は、多段減圧モジュールのみならず、多段乳化分散コントローラの吸収セルの組合せにも適用され、この規則に従わない異径吸収セルの組合せでは、多段乳化分散コントローラの出口においてバブリングが発生することを発明者等は実験的に確認している。

20 例えば、図2、図3の場合には、最小径の吸収セルが最も下流に配置されているので、規則2) が適用される。

結論として、上記規則は、多段乳化分散コントローラから多段減圧モジュールの出口に至る全ての通路要素からなる全体の集合に適用することができる。即ち、各吸収セル、入口、出口通路、多段乳化分散コントローラと多段減圧モジュールとを連通する連通路（熱交換器内の通路を含む）、各減圧セル、入口、出口通路を個々の通路単位とし、これら通路単位の接続関係に上記規則が適用される。

25 かかる見地から上記規則をより一般化すると以下の通りである。

規則 1) 通路単位の通路径は、少なくとも 3 つの異なる径 D_s , D_M , D_B ($D_s < D_M < D_B$) のいずれかであり、通路径 D_s の通路単位の下流に通路径 D_M の通路単位を接続する場合には、両通路単位の間に通路径 D_B の通路単位を介在させること、

- 5 規則 2) 最小通路径 D_s の通路単位の上流通路単位に関して、規則 1) を適用することを要しない (規則 1) の例外)。

いずれにしろ、減圧セルの内径や使用個数等は、処理圧力や処理される製品の特性により最適な設定とすればよく、場合によってはシール 3 4 を介在させず、2 つ又は 3 つの減圧セルを 1 つの減圧セルとするようにしてもよい。ただし、異
10 径の減圧セル間の接続にはシール 3 4 は不可欠である。

(第 2 実施例)

図 9 は、図 2 に示す多段乳化・分散装置と図 4 に示す多段減圧モジュールとを一体化した多段乳化・分散装置を示す。図中、矢印 A で示す前半部が多段乳化・分散コントローラ 1 0 0 で、矢印 B で示す後半部が多段減圧モジュールに相当す
15 る。

この場合は、装置本体 1 1 0 は長尺の円柱体とし、その後端から、前端側ノズル 1 7 に続く第 1 通路 1 8 に連通する軸孔 1 2 0 を設け、この軸孔 1 2 0 の前半部には、図 2 に示したと同様の内径の関係を有する計 5 段の吸収セル 2 1 - 1 ,
..., 5 を直列する一方、5 番目の吸収セル 2 1 - 5 に続けて計 7 段の減圧セル 3
20 3 - 1 , ..., 7 を直列する。

これら一連の吸収セル 2 1 - 1 , ..., 5 および減圧セル 3 3 - 1 , ..., 7 は、装置本体 1 1 0 のアウトレット側にネジ構造で締結したエンドキャップ 1 3 により軸方向に押圧保持する。

この実施例において、熱交換器 (図 1 の 2) が無いことを除けば、基本的な作
25 用について第 1 実施例と異なることはない。

図 9 の実施例において、セル径の設定および圧力降下の 1 例を示す。

いま、ノズル 1 7 (ノズル径 0.1 4 mm、長さ 1. 5 mm) の上流の圧力は、 $1 0 0 0 \text{ kg/cm}^2$ とし、流量は $3 4 0 \text{ c. c./min.}$ とする。流量係数は 0. 9 摩擦損失係数 0. 0 3 2 とする。

成を示す。このケースは、一体型多段乳化・分散装置 100 に対する背圧をより高くする必要がある場合に有効である。

この場合には、図 1 において触れたように、第 2 の供給タンク 7 に貯えられた添加剤を含む液を、供給ポンプ 8 で背圧以上に昇圧し、バルブ 9 を介して多段減圧モジュール 3 のインレット側に供給するようなシステム構成とすることもできる。供給された添加剤は、多段減圧モジュール 3 内において減圧セル 33 による減圧と、シール 34 による圧力緩和の繰返しによって乳化・分散液にほぼ均一に分散混合される。

多段減圧モジュール 3 から出た液はこれを最終製品として回収してもよく、再度乳化・分散させるために供給タンク 5 に戻すようにしてもよい。

(第 3 実施例)

図 11 は、図 1 に示す多段乳化・分散システムの応用例 (第 3 実施例) を示すものであって、溶液 (例えば水、水/エタノール溶液、エタノール等) の臨界状態を利用しようとするものである。

図 11 に示すように、供給タンク 5 には溶液 (例えば水) 中に粉末やレシチン等を分散させた液を貯えておき、まず、高圧ポンプ 6 により、溶液の臨界点に必要な圧力 (水の場合 218.4 気圧) 以上の圧力例えば 1,000 気圧まで上げる。高圧ポンプ 6 の次段には、加熱手段としての熱交換器 200 を設け、溶液の臨界点 (水の場合で臨界温度 374.2℃) 以上例えば 400℃ に加熱することで、溶液を臨界状態とする。

この状態で、多段乳化・分散コントローラ 1 に液を供給する。溶液としての水が臨界状態にあるときには、レシチン等の不溶性材料も溶解しやすい状態になっており、多段乳化・分散コントローラ 1 内に高速で噴射されると、強いせん断力によってより一層乳化・分散が促進される。従って、水とオイルとを界面活性剤を用いることなくしに乳化・分散させることができる可能性を得ることができる。

多段乳化・分散コントローラ 1 内は、高温高压であり、必要な背圧は、熱交換器 2 に続けて設けた多段減圧モジュール 3 および/または更に後段に設けた多段減圧モジュール 3' により確保する。多段乳化・分散コントローラ 1 を出た乳化・分散液は、熱交換器 3 によって冷却し、冷却された乳化・分散液は、多段減

圧モジュール3によって減圧される。一回の冷却と減圧で不十分な場合、つまり、そのままで大気圧に解放したときには依然バブリングを発生する可能性がある温度・圧力条件にあるときには、さらに熱交換器2'と多段減圧モジュール3'を接続し、十分な冷却と減圧を行ってバブリングの発生を防止する。

5 以上のようにして、溶液の臨界状態でのせん断力による乳化・分散を行った後、良好な乳化・分散状態を維持しながら、バブリングを発生させることなく、最終製品を得ることができる。

10 なお、必要に応じて乳化・分散液を供給タンク5に戻して再度の乳化・分散を行うことや、第2供給タンク7から供給ポンプ8およびバルブ9を介して多段減圧モジュール3のインレット側に添加剤を添加するようにしてもよい。

(多段減圧モジュールの応用例)

15 本発明にかかる多段減圧モジュール3は、乳化・分散装置に対して必要な背圧即ちバブリングを抑制しうる背圧を設定することができる一方、その背圧を多段に減圧して最終的には大気圧に解放してもバブリングが発生しない圧力まで低下させることができる。この場合、減圧セルの内径や長さ、さらには個数等を種々組み

16 み合せることで背圧やその背圧の減圧度等に高い自由度で対応することができる。したがって、従来より用いられている高圧式や回転式の分散・乳化装置に対しても多段減圧モジュールを有効に組み合わせることができる。

図12から図16に応用例を示す。

20 図12はDeBEE2000デュアルタイプとして販売されている高圧式ホモゲナイザへの応用例、図13はDeBEE2000リバースタイプとして販売されている高圧式ホモゲナイザへの応用例を示している。

25 DeBEE2000は、多段に直列した吸収セル中に500フィート/秒以上の高速ジェットを噴射し、高速ジェット流と周囲に形成される低速の液流との界面における液-液せん断によって乳化・分散を行わせる型式のものである。詳しくは特表平9-507791号公報を参照されたい。ここで、デュアルタイプとは、ジェット流の側方からジェット流の吸引力を利用して液を供給する型式、リバースタイプとは、下流端が閉塞されていて閉塞端から押し戻されてくる低速の液流とジェット流との間の液-液せん断による乳化・分散を行う型式のものをい

う。

図 1 2, 1 3 において、5 は供給タンク、6 は高压ポンプ、3 0 1 は圧力センサ、3 0 2 はエア抜きバルブ、3 0 3 は乳化モジュール、3 0 4 はリリーフバルブ、2 は熱交換器、3 0 5 は背圧測定センサ、3 は多段減圧モジュールである。

5 図 1 2 のデュアルタイプでは、乳化すべきオイル等の材料を乳化モジュール 3 0 3 のインレット側の側方ポート 3 0 6 から供給し、乳化モジュール 3 0 3 の後端から乳化液を取り出している。

図 1 3 のリバースタイプでは、戻ってくる乳化液をインレット側の側方ポート 3 0 7 から取り出す。

10 いずれの場合も、多段減圧モジュール 3 は、乳化モジュール 3 0 3 内における強いせん断によって生じうるバブリングの発生に必要の背圧を与え、この背圧を多段に減圧することによって、製品の取り出し時におけるバブリングの発生をも防止する。

15 図 1 4, 図 1 5, 図 1 6 は、多段減圧モジュール 3 をインライン型回転式ホモジナイザ 4 0 0、ゴーリントタイプホモジナイザ 4 1 0、ノズル固定型高压ホモジナイザ（マイクロフルイダイザ、ナノマイザ）4 2 0 に夫々適用した例を示している。

これら公知のホモジナイザにおいて、回転速度や圧力を上げれば上げるほど、強いせん断力によるバブリング発生が問題となり、多段減圧モジュール 3 によってバブリングが発生しないように必要な背圧を与えることができ、またバブリングを発生させることなく、製品を取り出すことができる。

20 図 1 4 ~ 図 1 6 において、図 1 のものと同一か対応するものには同一の符号を付してこれ以上の説明を省略する。

25 以上の説明から明らかなように、本発明にかかる多段減圧モジュールは、乳化・分散装置に対して高い背圧を必要に応じて付与することができるとともに、高い背圧を多段階で減圧することにより、分散・乳化液を大気へ解放したときにおいてバブリングの発生を確実に防止することができる。

乳化・分散装置は従来より汎用されている或いは公知の型式のものをを用いることができるが、本発明の多段減圧モジュールと組み合わせることにより、より高压

化、高回転化を図ることができ、優れた乳化・分散物を生成することができる。

本発明にかかる多段乳化・分散モジュールは、異なる内径の吸収セルを多段階に組合せることにより、高いせん断力が作用してもバブリングが発生しないような高い背圧を液の経路途中において実現することができ、バブリングを抑制しつつ高いせん断力による乳化・分散を行うことができる。

上記の多段乳化・分散モジュールと多段減圧モジュールとは一体的にユニット化することができ、その場合には、このユニットからバブリングを発生させることなしに製品を取り出すことができる。

さらに、多段減圧モジュールを用いた多段階減圧方式を用いることにより、溶液を高圧化で加熱し、臨界状態としたうえで、好ましくは多段乳化・分散モジュールを用いて乳化・分散を行う。高温化ではバブリングやフラッシングが発生しやすいため、乳化・分散は十分高い背圧下で行う必要があり、冷却と減圧を必要に応じて繰返すことで、乳化・分散液を大気へ開放してもバブリングを発生しない状態にすることができる。臨界状態では、液相状態では見られない溶解性が得られ、その状態で高いせん断力を付与することで、従来、界面活性剤なしでは乳化・分散不可能であった水とレシチン、水とオイルのエマルジョンが得られるものと期待することができる。

産業上の利用の可能性

以上のように、本発明にかかる多段モジュールを用いた乳化・分散システムは、とくに高いせん断力を必要とする乳化・分散に有用であり、ホモジナイザ等を用いるのに適している。

請 求 の 範 囲

1. 乳化・分散液材料を供給する供給手段と、

供給手段により供給される乳化・分散液材料をせん断力により乳化・分散させる
5 乳化・分散装置と、

乳化・分散装置の出口に接続された連通路と、

連通路の下流に接続された多段減圧モジュールとからなり、

多段減圧モジュールは入口通路と出口通路との間に、少なくとも2段以上の減
10 圧部材を連結部材を介して連結した構造を有し、乳化・分散装置の出口部に対し
て連通路を介して所定の背圧を与える一方、該背圧を多段に減圧し、最終段の減
圧部材では上記出口通路においてバブリングが発生しない圧力まで減圧するよう
に構成されている乳化・分散システム。

2. 多段減圧モジュールの減圧部材は、上流側から順に、第1の内径 D_1 を有
15 する少なくとも1つの第1減圧部材と、第2の内径 D_2 を有する少なくとも1つ
の第2減圧部材と、第3の内径 D_3 を有する少なくとも1つの第3減圧部材とから
なり、出口通路の通路径を D_0 としたときに、上記第1～第3の内径 D_1 、 D_2 、 D_3 は、 D_0 、 $D_2 > D_3 > D_1$ の関係を満たすように設定されている、請
求項1に記載の乳化・分散システム。

3. 連結部材の内径を D_s としたときに、 $D_s \geq D_2$ である請求項2に記載の
20 乳化・分散システム。

4. 多段減圧モジュールの減圧部材の内径は全て等しいか、上流側の減圧部材
の内径より下流側の減圧部材の内径が小さい請求項1に記載の乳化・分散シ
25 ステム。

5. 連結部材の内径は、減圧部材の内径より大きい請求項4に記載の乳化・分
散システム。

6. 上記連通路の途中に熱交換器が設けられている請求項1に記載の乳化・分
散システム。

7. 乳化・分散液材料を昇圧したうえで供給する供給手段と、

絞り手段を設けた入口部から出口部に至る通路内に吸収セルを連結部材を介し

て多段に連結してなる多段乳化・分散モジュールと、

多段乳化・分散モジュールの出口部に接続された連通路と、

連通路の下流に接続される入口通路と、大気圧に開放される出口通路との間に、
減圧部材を連結部材を介して多段に連結してなる多段減圧モジュールと、からな
り、

多段減圧モジュールの減圧部材は、上流側から順に、第1の内径 D_1 を有する
少なくとも1つの第1減圧部材と、第2の内径 D_2 を有する少なくとも1つの第
2減圧部材と、第3の内径 D_3 を有する少なくとも1つの第3減圧部材とからな
り、出口通路の通路径を D_0 としたときに、上記第1～第3の内径 D_1 、 D_2 、
 D_3 は、 D_0 、 $D_2 > D_1 > D_3$ の関係を満たすように設定されている、多段乳
化・分散システム。

8. 多段乳化・分散モジュールの吸収セルは、絞り手段側から順に、第1の内
径 D_1 を有する少なくとも1つの第1吸収セルと、第2の内径 D_2 を有する少な
くとも1つの第2吸収セルと、第3の内径 D_3 を有する少なくとも1つの第3吸
収セルとからなり、上記内径 D_1 、 D_2 、 D_3 は、 $D_2 > D_1 > D_3$ の関係を満
たすように設定されている、請求項7に記載の多段乳化・分散システム。

9. 連通路の途中には熱交換器が設けられている、請求項7または8のいずれ
かに記載の多段乳化・分散システム。

10. 乳化・分散液材料を昇圧したうえで供給する供給手段と、

絞り手段を設けた入口部から出口部に至る通路内に吸収セルを連結部材を介し
て多段に連結してなる多段乳化・分散モジュールと、

多段乳化・分散モジュールの出口部に接続された連通路と、

連通路の下流に接続される入口通路と、大気圧に開放される出口通路との間に、
減圧部材を連結部材を介して多段に連結してなる多段減圧モジュールと、からな
り、

各吸収セル、連通路および各減圧部材を夫々所定の通路径を有する通路単位と
したときに、各通路単位の通路径は以下の規則にしたがって設定されている：

1) 各通路単位は、少なくとも3つの異なる通路径 D_s 、 D_M 、 D_B ($D_s < D_M < D_B$) のいずれかの通路径を有し、通路径 D_s の通路単位の下流に通路径

D_M の通路単位を接続する場合は、両通路単位の間に通路径 D_B の通路単位を接続すること；

2) 最小通路径の通路単位の上流側において規則 1) を適用することを要しない；

5 ことを特徴とする多段乳化・分散システム。

1 1. 連結部材の内径を D_Q としたときに $D_Q \geq D_B$ である、請求項 1 0 に記載の多段乳化・分散システム。

1 2. 供給される液材料に剪断力を与えて乳化・分散させるに際して、バブリングを発生しない背圧を付加し、この背圧下で乳化・分散を行なう工程と、

10 生成された乳化・分散材の背圧を複数の減圧部材により多段階で降圧し、最終的に大気圧に解放してもバブリングを発生しない圧力まで低下させる工程とを含む、乳化・分散液の製造方法。

1 3. 臨界状態にするための圧力および温度以上に溶液を加圧するとともに加熱し、臨界状態の溶液に背圧を付加した状態下で溶液に高いせん断力を作用されて乳化・分散を行わせる工程と、

15 生成された乳化・分散液の背圧を複数の減圧部材を用いて多段階で降圧し、最終的に大気圧に解放してもバブリングを発生しない圧力まで低下させる工程とを含む、乳化・分散液の製造方法。

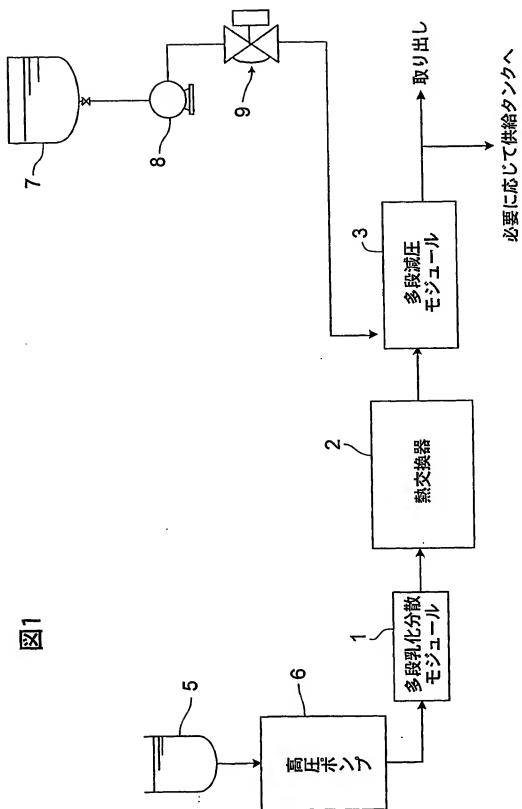


図2

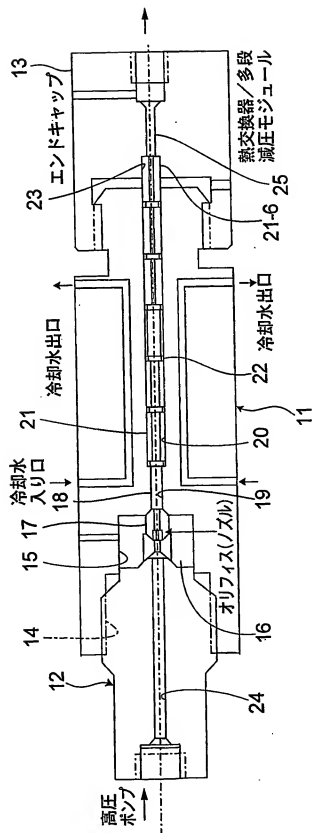


図3

多段乳化分散モジュール

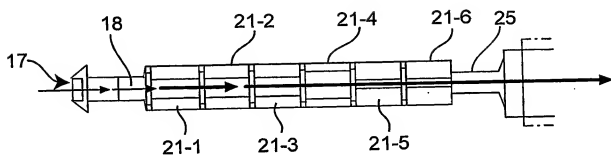


図5

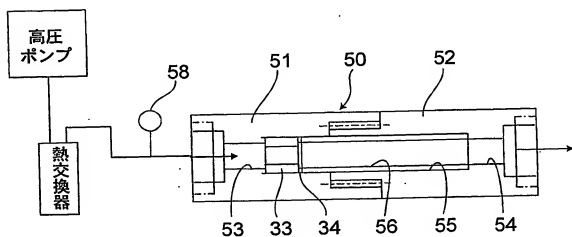
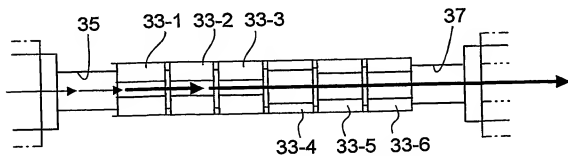
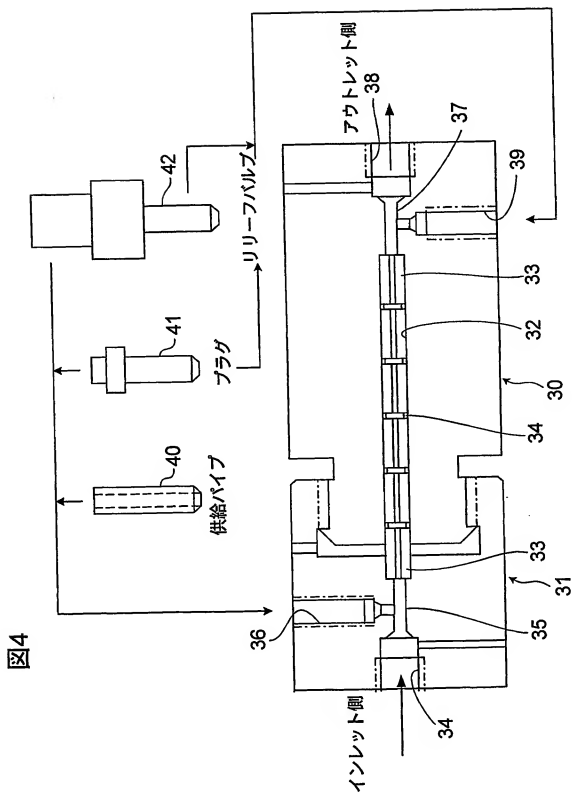


図8





5/13

図6

内径0.75mmの個数と背圧との関係

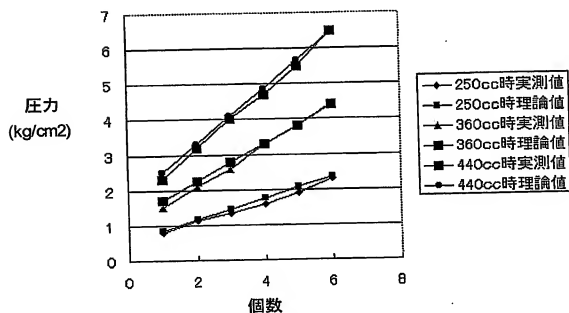
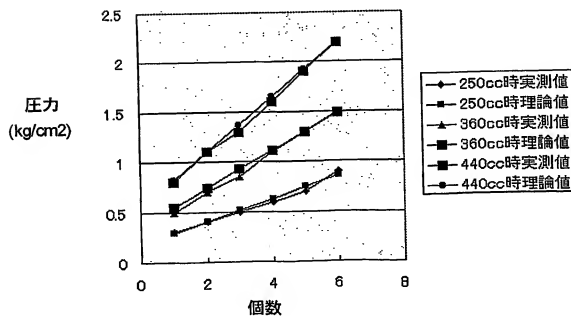


図7

内径1mmの個数と背圧との関係



৯

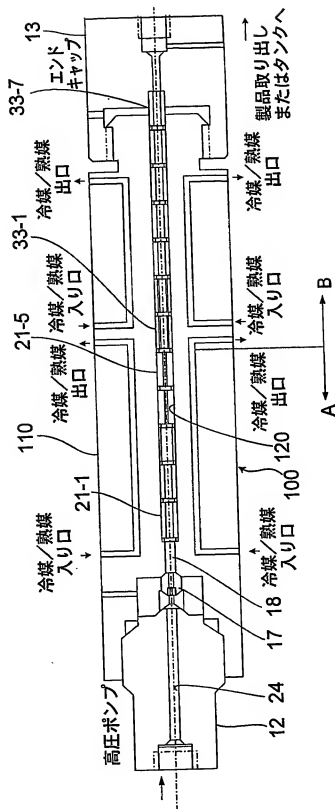


図11

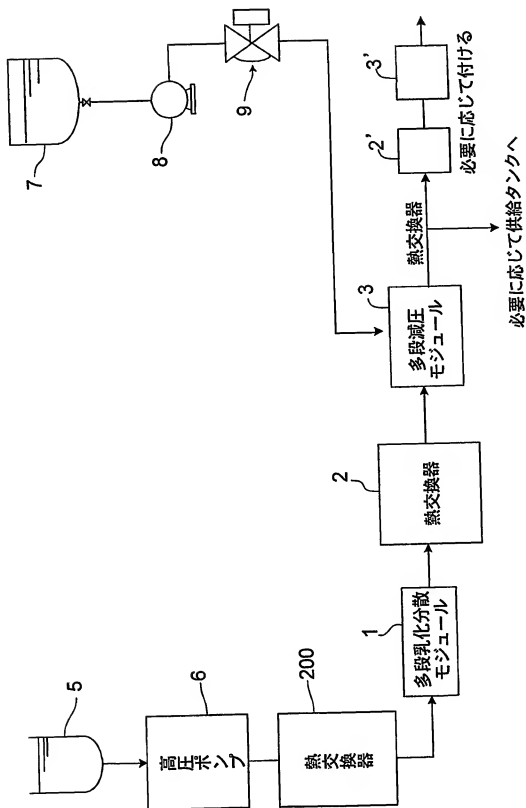


図13

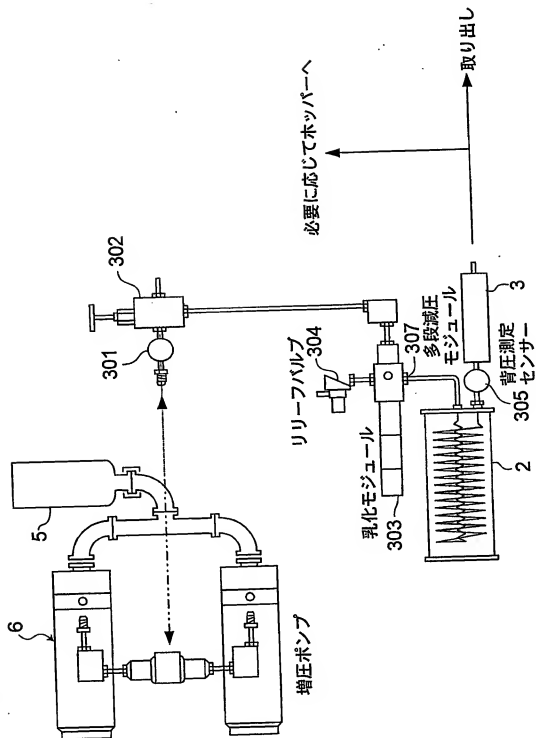
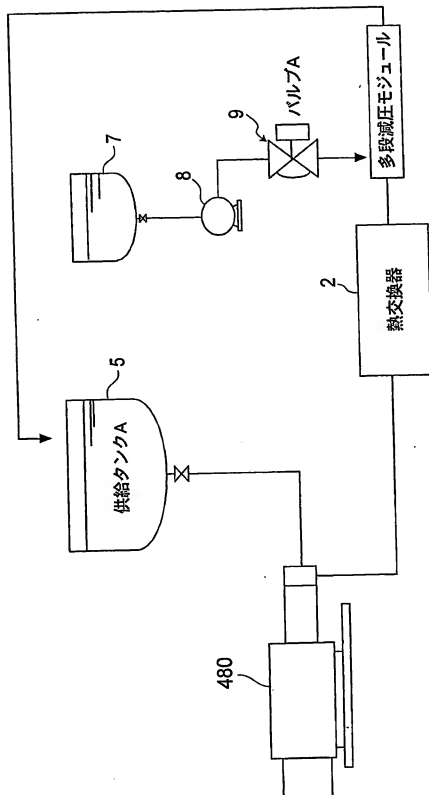
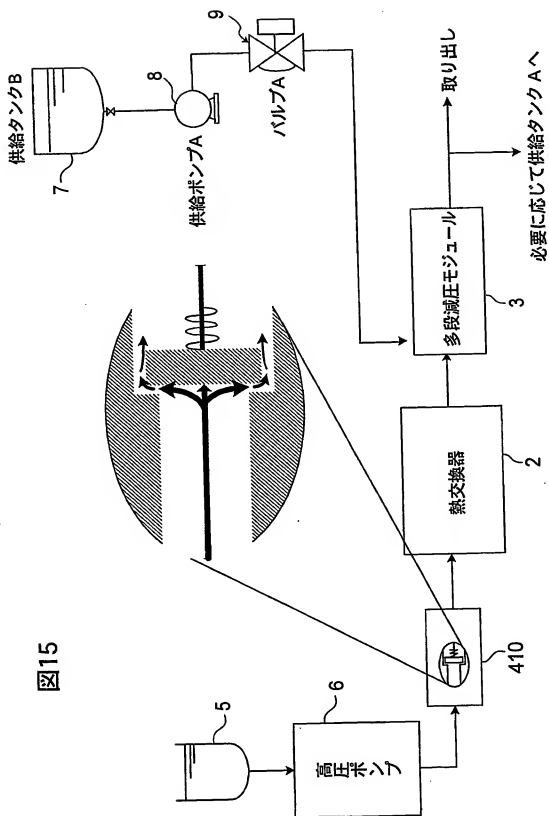
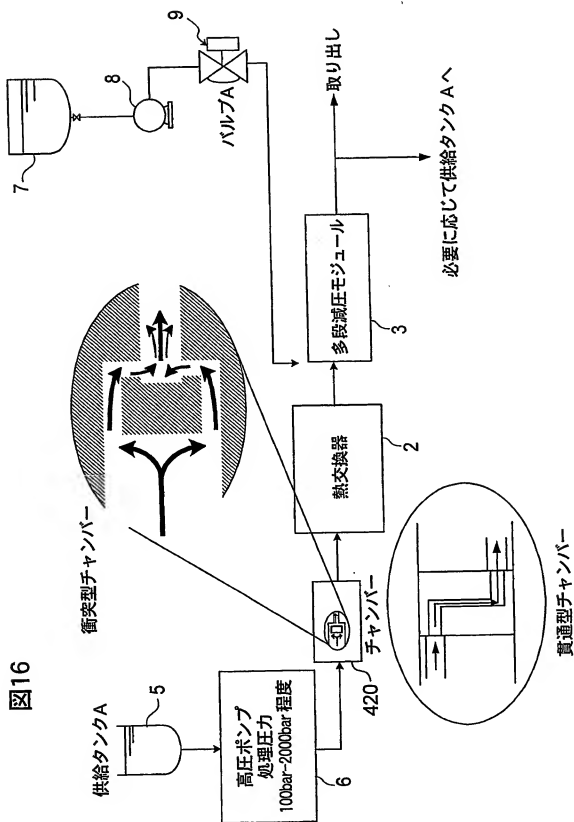


図 14







INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/00091

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ B01F5/00, B01J3/00, 3/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ B01F3/00-5/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 96/14141 A1 (SCHECHTER, Tal), 17 May, 1996 (17.05.96), & JP 9-507791 A & US 5720551 A	1-13
A	JP 2000-210546 A (Harima Chemicals, Inc.), 02 August, 2000 (02.08.00), (Family: none)	1-13

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
08 April, 2003 (08.04.03)

Date of mailing of the international search report
22 April, 2003 (22.04.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B01F5/00, B01J3/00, 3/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B01F3/00-5/26

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2003年
 日本国実用新案登録公報 1996-2003年
 日本国登録実用新案公報 1994-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	WO 96/14141 A1 (SCHECHTER, Tal) 1996. 05. 17 & JP 9-507791 A & US 5720551 A	1-13
A	JP 2000-210546 A (ハリマ化成株式会社) 2000. 08. 02 (ファミリーなし)	1-13

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

08. 04. 03

国際調査報告の発送日

22.04.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田口 傑

3F

9621

電話番号 03-3581-1101 内線 3351

